



中华人民共和国国家标准

GB 25576—2020

食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅

2020-09-11 发布

2021-03-11 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

前 言

本标准代替 GB 25576—2010《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅》。

本标准与 GB 25576—2010 相比,主要变化如下:

- Ⅲ类产品干燥减量指标修改为不大于 7.0%;
- 修改了干燥减量检验方法的干燥时间;
- 修改了灼烧减量检验方法的灼烧时间;
- 修改了铅含量测定引用方法;
- 修改了砷含量测定引用方法。

食品安全国家标准

食品添加剂 二氧化硅

1 范围

本标准适用于气相法(氯硅烷在氧氢焰中水解)生产的气相二氧化硅、凝胶法(由硅酸钠溶液与酸反应)生产的硅胶及水合硅胶、沉淀法(由硅酸钠溶液与酸反应)生产的沉淀二氧化硅。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

SiO_2

2.2 相对分子质量

60.08(按 2016 年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求			检验方法
	I 类	II 类	III 类	
色泽	白色			取适量试样置于 50 mL 烧杯中,在自然光下观察色泽和状态
状态	均匀粉末	无定型颗粒	均匀粉末或颗粒	
注: I 类为气相二氧化硅, II 类为水合硅胶, III 类为沉淀二氧化硅、硅胶。				

3.2 理化指标

理化指标应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标			检验方法	
	I 类	II 类	III 类		
二氧化硅(灼烧后)含量, $w/\%$	\geq	99.3	99.0	96.0	附录 A 中 A.4
干燥减量, $w/\%$	\leq	2.5	70.0	7.0	附录 A 中 A.5
灼烧失量, $w/\%$	\leq	2.0	8.5	8.5	附录 A 中 A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq	5			附录 A 中 A.7
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	\leq	30			附录 A 中 A.8
砷(As)/(mg/kg)	\leq	3			附录 A 中 A.9
可溶性解离盐(以 Na_2SO_4 计), $w/\%$	\leq	—	1	4	附录 A 中 A.10

附录 A 检验方法

A.1 警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性、腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

A.2 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 无水碳酸钾。

A.3.1.2 氨水。

A.3.1.3 硝酸。

A.3.1.4 磷酸氢二钠溶液:溶解 12 g 磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),加水至 100 mL。

A.3.1.5 钼酸铵溶液:溶解 6.5 g 钼酸粉末于 14 mL 水和 14.5 mL 氨水混合液中,冷却,搅拌下缓慢加入到预先冷却的 32 mL 硝酸与 40 mL 水的混合液中,放置 48 h。抽滤,滤液保存于暗处。该溶液久置会变质失效,当加入 2 mL 磷酸氢二钠溶液于 5 mL 上述溶液不立刻产生大量黄色沉淀时,该溶液失效。

A.3.1.6 邻联甲苯胺冰乙酸饱和溶液。

A.3.2 鉴别方法

A.3.2.1 称取约 5 mg 试样于铂坩埚中,加入 200 mg 无水碳酸钾混合,在 $500\text{ }^\circ\text{C} \sim 600\text{ }^\circ\text{C}$ 下灼烧约 10 min,冷却,加 2 mL 水溶解。如有必要可加温,然后缓慢加入 2 mL 钼酸铵溶液,有深黄色产生。

A.3.2.2 将 1 滴 A.3.2.1 溶解后的试样滴到滤纸上,蒸发此溶液,加入 1 滴邻联甲苯胺冰乙酸饱和溶液,然后将滤纸放在氨水上,应有绿色斑出现。

A.4 二氧化硅含量的测定

A.4.1 方法提要

试样经 $950\text{ }^\circ\text{C} \pm 50\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧后,用过量氢氟酸加热分解二氧化硅,反应生成的氟硅酸逸出。灼烧后称量,损失的质量即为二氧化硅含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 氢氟酸。

A.4.2.2 硫酸。

A.4.2.3 乙醇。

A.4.3 仪器和设备

A.4.3.1 高温炉：温度控制在 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.3.2 铂坩埚：50 mL。

A.4.4 分析步骤

使用 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的铂坩埚称取约 1 g 试样 B(见 A.6.2)，精确至 0.000 2 g。用适量乙醇(约 2 mL)润湿试样，加入 5 滴~6 滴硫酸，加入 10 mL 氢氟酸淹没试样。置于电炉上蒸发至刚出现大量白色烟雾后，冷却，再加入 5 mL 氢氟酸，小心回荡坩埚以冲洗内壁，再蒸发至干。于 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 $60\text{ min} \pm 5\text{ min}$ 。取出，于干燥器中冷却，称量。

A.4.5 结果计算

二氧化硅(SiO_2)的质量分数 ω_1 ，按式(A.1)计算：

$$\omega_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中：

m_1 ——试样和铂坩埚的质量，单位为克(g)；

m_2 ——氢氟酸处理后残渣和铂坩埚的质量，单位为克(g)；

m_0 ——铂坩埚的质量，单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

A.5 干燥减量的测定

A.5.1 仪器和设备

A.5.1.1 电热恒温干燥箱：温度控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.5.1.2 称量瓶： $\phi 60\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

A.5.2 分析步骤

使用 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶称取 2 g~3 g 试样(Ⅱ类称取 8 g~10 g)，精确至 0.000 2 g。移入电热恒温干燥箱中，在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥 $120\text{ min} \pm 5\text{ min}$ ，于干燥器中冷却，称量。保留此干燥过的试样为试样 A，供 A.6 测定灼烧失量时使用。

A.5.3 结果计算

干燥减量的质量分数 ω_2 ，按式(A.2)计算：

$$\omega_2 = \frac{m_4 - m_5}{m_4 - m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.2})$$

式中：

m_4 ——试样和称量瓶干燥前的质量，单位为克(g)；

m_5 ——试样和称量瓶干燥后的质量，单位为克(g)；

m_3 ——称量瓶的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

A.6 灼烧失量的测定

A.6.1 仪器和设备

A.6.1.1 高温炉:温度控制在 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.6.1.2 瓷坩埚:50 mL。

A.6.2 分析步骤

称取 1 g~2 g 试样 A(见 A.5.2),精确至 0.000 2 g,置于 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,于 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 $60\text{ min} \pm 5\text{ min}$,于干燥器中冷却,称量。保留此灼烧过的试样为试样 B,供 A.4测定二氧化硅含量时使用。

A.6.3 结果计算

灼烧失量的质量分数 ω_3 ,按式(A.3)计算:

$$\omega_3 = \frac{m_7 - m_8}{m_7 - m_6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_7 ——试样和瓷坩埚灼烧前的质量,单位为克(g);

m_8 ——试样和瓷坩埚灼烧后的质量,单位为克(g);

m_6 ——瓷坩埚的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

A.7 铅(Pb)的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 盐酸溶液:1+20。

A.7.1.2 水:符合 GB/T 6682 规定的二级水。

A.7.2 分析步骤

A.7.2.1 试样溶液 A 的制备

称取 $5.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 已于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2 h 后的试样,置于配有冷却回流装置的 250 mL 烧瓶中,加入 50 mL 盐酸溶液,在电炉上缓慢加热至沸腾,微沸 15 min 后冷却。让不溶物沉淀下来,用玻璃砂漏斗进行抽滤,将滤液转入 100 mL 容量瓶中,用热水洗涤不溶物 3 次,每次用 10 mL 水。将滤液转入容量瓶中,最后用 15 mL 热水洗涤漏斗和抽滤瓶,将滤液冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试样溶液 A,供铅、重金属、砷测定时使用。

同时做空白试验。

A.7.2.2 测定

使用试样溶液 A(见 A.7.2.1)和相应空白溶液,作为消解后试样溶液,按照 GB 5009.12 规定的方法

进行测定。试验中所用水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 1 mg/kg。

A.8 重金属(以 Pb 计)的测定

准确移取 20 mL 试样溶液 A(见 A.7.2.1)和 3 mL 铅标准使用液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$),按 GB 5009.74—2014 中第 6 章进行测定。试验中所用水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

A.9 砷(As)的测定

使用试样溶液 A(见 A.7.2.1)和相应空白溶液,作为消解后试样溶液,按照 GB 5009.76 规定的方法进行测定。试验中所用水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.6 mg/kg。

A.10 可溶性解离盐(以 Na_2SO_4 计)的测定

A.10.1 试剂和材料

无水硫酸钠。

A.10.2 仪器和设备

A.10.2.1 真空抽滤泵:可达到 -0.1 MPa 。

A.10.2.2 玻璃砂漏斗:100 mL, G4。

A.10.2.3 电导率仪。

A.10.2.4 电热恒温干燥箱:温度控制在 $105\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.10.3 分析步骤

称取 $5.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 于 $105\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥 $120\text{ min}\pm 5\text{ min}$ 的试样,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,搅拌。让不溶物沉淀下来,用玻璃砂漏斗进行抽滤,将滤液转入 250 mL 容量瓶中,用热水洗涤不溶物 3 次,每次 20 mL 水,将滤液转入容量瓶中,最后用 20 mL 热水洗涤漏斗和抽滤瓶,将滤液冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。用电导率仪测定试验溶液的电导率。

同时对 2 组对照溶液用电导率仪测定电导率。

对照溶液:

Ⅱ类产品,对照溶液为 250 mL 水中含 50 mg 无水硫酸钠。

Ⅲ类产品,对照溶液为 250 mL 水中含 200 mg 无水硫酸钠。

A.10.4 结果判定

试验溶液电导率不大于相应的对照溶液的电导率表示Ⅱ类产品和Ⅲ类产品的可溶性解离盐均不大于相应指标的规定。